






## Water-in-oil composition with a variable shear rate

**Patent number:** EP0970682  
**Publication date:** 2000-01-12  
**Inventor:** AFRIAT ISABELLE (FR); BOULIER VIRGINIE (FR)  
**Applicant:** OREAL (FR)  
**Classification:**  
- **International:** A61K7/00  
- **European:** A61K8/06; A61K8/20; A61K8/898; A61Q19/00  
**Application number:** EP19990401598 19990625  
**Priority number(s):** FR19980008418 19980701

**Also published as:**

 US6331306 (B1)  
 US2002001602 (A1)  
 JP2000044430 (A)  
 FR2780662 (A1)  
 EP0970682 (A3)

more >>

**Cited documents:**

 FR2686510  
 EP0612517  
 WO9515812

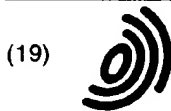
**Report a data error here**

**Abstract of EP0970682**

A composition comprising an aqueous phase dispersed in an oil phase thanks to a siliconated emulsifying agent has a viscosity of 3-20 Pa.s (measured with RHEUMAT 180 at a shear rate of 200 s<sup>-1</sup> at 25 degrees C), comprises at least 75 wt. % of aqueous phase and at least 65 wt. % of water, and contains a siliconated emulsifying agent (I). A composition comprising an aqueous phase dispersed in an oil phase thanks to a siliconated emulsifying agent has a viscosity of 3-20 Pa.s (measured with RHEUMAT 180 at a shear rate of 200 s<sup>-1</sup> at 25 degrees C), comprises at least 75 wt. % of aqueous phase and at least 65 wt. % of water, and contains a siliconated emulsifying agent of formula (I).

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



(19)

Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11)

**EP 0 970 682 A2**

(12)

**DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:  
12.01.2000 Bulletin 2000/02

(51) Int Cl. 7: **A61K 7/00**

(21) Numéro de dépôt: **99401598.0**

(22) Date de dépôt: **25.06.1999**

(84) Etats contractants désignés:  
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE**  
Etats d'extension désignés:  
**AL LT LV MK RO SI**

(30) Priorité: **01.07.1998 FR 9808418**

(71) Demandeur: **L'OREAL**  
**75008 Paris (FR)**

(72) Inventeurs:  
• **Afriat, Isabelle**  
**75003 Paris (FR)**  
• **Boulier, Virginie**  
**91550 Paray Vieille-Poste (FR)**

(74) Mandataire: **Rasson, Catherine**  
**L'OREAL-DPI**  
**6 rue Bertrand Sincholle**  
**92585 Cllichy Cedex (FR)**

(54) **Composition sous forme d'émulsion eau-dans-huile ayant une vitesse de cisaillement évolutive**

(57) L'invention se rapporte à une composition sous forme d'une émulsion eau dans huile, ayant une viscosité mesurée au viscosimètre RHEOMAT 180 à un taux de cisaillement de 200 s<sup>-1</sup> et à 25 °C, allant de 3 Pa.s (30 poises) à 20 Pa.s (200 poises) et contenant au moins 78 % de phase aqueuse dont au moins 65 % d'eau par rapport au poids total de la composition, et, comme seul agent émulsionnant, un diméthicone copolyol particulier.

De préférence, le rapport phase huileuse/agent émulsionnant étant égal ou supérieur à 5.

La composition selon l'invention a l'aspect d'une crème et présente un comportement rhéologique particulier : sa vitesse de cisaillement évolue au cours du temps, notamment lors de l'application sur la peau où elle "casse" et libère brusquement la phase aqueuse, apportant un grand effet de fraîcheur.

Cette composition est utilisable notamment dans les domaines cosmétique et/ou dermatologique.

**EP 0 970 682 A2**

## Description

[0001] L'invention se rapporte à une composition se présentant sous forme d'une émulsion eau-dans-huile (E/H) ayant une viscosité à un taux de cisaillement de  $200 \text{ s}^{-1}$  et à  $25^\circ\text{C}$ , allant de  $3 \text{ Pa.s}$  (30 poises) à  $20 \text{ Pa.s}$  (200 poises) et comportant une forte teneur en eau et un tensioactif siliconé particulier. Cette composition a l'aspect d'une crème et est utilisable en particulier dans les domaines cosmétique et/ou dermatologique.

[0002] Dans les domaines cosmétique ou dermatologique, il est courant d'utiliser des compositions ayant l'aspect d'une crème et constituées d'une émulsion eau-dans-huile (E/H) comportant une phase aqueuse dispersée dans une phase huileuse. Ces émulsions comportent une phase continue huileuse et permettent donc de former à la surface de la peau un film lipidique qui prévient la perte d'eau transépidermique et protège la peau des agressions extérieures. Ces émulsions sont particulièrement appropriées pour protéger et nourrir la peau, et en particulier pour traiter les peaux sèches.

[0003] Une crème est, dans les domaines considérés, une composition présentant une certaine viscosité, par opposition aux compositions liquides ou semi-liquides telles que les lotions et les laits, ou encore aux compositions solides.

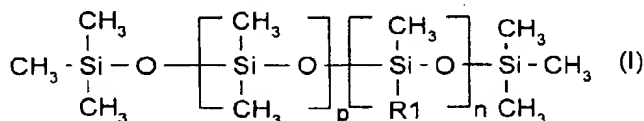
[0004] Toutefois, les crèmes sous forme d'émulsions E/H présentent l'inconvénient d'apporter sur la peau à l'application, un toucher assez gras, la phase huileuse étant la phase externe. Ainsi, ces crèmes sont en général utilisées pour les peaux sèches, étant trop grasses pour être utilisées sur les peaux grasses. De plus, les émulsions E/H n'apportent aucune fraîcheur et sont généralement trop riches en huiles pour être utilisées pendant l'été ou dans les pays chauds.

[0005] Pour surmonter ces inconvénients, il a été envisagé de préparer des émulsions à forte teneur en eau. Toutefois, la teneur en eau ne peut pas être trop importante pour des raisons de stabilité, ou alors une forte teneur en eau doit être compensée par l'ajout de plusieurs tensioactifs ou d'agents gélifiants qui peuvent nuire au confort de la composition finale et même entraîner des problèmes d'irritations cutanées notamment chez les sujets à peaux sensibles.

[0006] Il subsiste donc le besoin d'une composition ayant la viscosité d'une crème et se présentant sous forme d'une émulsion eau-dans-huile stable, comportant une quantité importante d'eau et utilisable dans les domaines cosmétique et/ou dermatologique, qui ne présente pas les inconvénients de l'art antérieur.

[0007] La demanderesse a maintenant trouvé une composition du type émulsion eau dans huile permettant d'atteindre ces objectifs.

[0008] Cette composition comprend une phase aqueuse dispersée dans une phase huileuse à l'aide d'un agent émulsionnant siliconé, caractérisée par le fait qu'elle a une viscosité mesurée au viscosimètre RHEOMAT 180 à un taux de cisaillement de  $200 \text{ s}^{-1}$  et à  $25^\circ\text{C}$ , allant de  $3 \text{ Pa.s}$  (30 poises) à  $20 \text{ Pa.s}$  (200 poises), qu'elle comporte au moins 78 % en poids de phase aqueuse par rapport au poids total de la composition dont au moins 65 % d'eau par rapport au poids total de la composition, et qu'elle contient comme seul agent émulsionnant, le diméthicone copolyol de formule (I) :



dans laquelle R1 représente  $-(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})-(\text{OC}_2\text{H}_4)_{18}-(\text{C}_3\text{H}_6\text{OH})_{18}$ ,  $p=394$  et  $n=4$ ,

[0009] En dépit de la quantité importante d'eau, la composition de l'invention est stable dans le temps. En outre, elle possède une caractéristique rhéologique spécifique qui rend son utilisation dans les domaines considérés, particulièrement intéressante. En effet, lors de l'application sur la peau, elle "casse", c'est-à-dire qu'elle se fluidifie brutalement sous l'effet du cisaillement, ce qui est probablement dû à un phénomène de rupture au sein de l'émulsion. Ainsi, la composition de l'invention apporte une très grande fraîcheur sur la peau.

[0010] La composition selon l'invention a une viscosité allant de  $3 \text{ Pa.s}$  (30 poises) à  $20 \text{ Pa.s}$  (200 poises). Cette viscosité est mesurée au Rhéomat 180, c'est-à-dire avec l'appareil RM180 Rheomat de la société METTLER.

[0011] La composition selon l'invention comporte au moins 78 % en poids de phase aqueuse par rapport au poids total de la composition et de préférence au moins 80 % du poids total de la composition. La phase aqueuse peut constituer jusqu'à 92 % du poids total de la composition.

[0012] L'eau constitue au moins 65 % et de préférence au moins 70 % du poids total de la composition.

[0013] Par ailleurs, la phase aqueuse de l'émulsion peut contenir un ou plusieurs alcools inférieurs tels que l'éthanol en une quantité allant de préférence jusqu'à 15 % et mieux jusqu'à 10 % du poids total de la composition, un ou plusieurs polyols tels que la glycérine et le propylène glycol en une quantité allant par exemple jusqu'à 20% et mieux

jusqu'à 10 % du poids total de la composition.

**[0014]** Par ailleurs, la composition de l'invention contient comme seul agent émulsionnant le diméthicone copolyol de formule (I). Ce diméthicone copolyol peut se présenter sous forme d'un mélange avec une huile de silicone volatile ou non volatile, et notamment avec les cyclométhicones (D4 ou D5) et/ou les polydiméthylsiloxanes de différentes viscosités et notamment 5 cst et 10 cst.

**[0015]** On peut utiliser notamment dans la composition selon l'invention les mélanges suivants commercialisés par la société Dow Corning :

- mélange de composé de formule (I), de tétracyclométhicone (D4) et d'eau (rapport pondéral 10/88/2), commercialisé sous la dénomination DC 3225C ;
- mélange de composé de formule (I), de pentacyclométhicone (D5) et d'eau (rapport pondéral 10/88/2), commercialisé sous la dénomination DC 5225C ;
- mélange de composé de formule (I) et de polydiméthylsiloxane 5 cst (rapport pondéral 10/90), commercialisé sous la dénomination DC 3225C in 200 Fluid 5 cst ;
- mélange de composé de formule (I) et de polydiméthylsiloxane 10 cst (rapport pondéral 10/90), commercialisé selon sous la dénomination DC 3225C in 200 Fluid 10 cst ;
- mélange de composé de formule (I) et de pentacyclométhicone (D5) (rapport pondéral 43/57), commercialisé sous la dénomination DC 5185C.

**[0016]** L'agent émulsionnant de formule (I) est présent de préférence en une quantité en matière active allant de 0,5 à 5 % et mieux de 0,6 à 2 % en poids par rapport au poids total de la composition.

**[0017]** Bien que la composition soit exempte de tout autre agent émulsionnant, la composition obtenue est stable dans le temps.

**[0018]** De préférence, le rapport pondéral phase huileuse/agent émulsionnant est égal ou supérieur à 5 et mieux égal ou supérieur à 8.

**[0019]** La phase huileuse de la composition selon l'invention peut renfermer, outre l'huile de silicone éventuellement en mélange avec l'agent émulsionnant, toute sorte d'huiles et de corps gras bien connus de l'homme du métier, comme les huiles d'origine végétale, les huiles d'origine animale, les huiles de synthèse et notamment les esters gras, les huiles de silicone, les huiles fluorées et/ou les huiles minérales, ainsi que les mélanges de ces huiles.

**[0020]** De préférence, la phase huileuse de la composition de l'invention comprend au moins une huile de silicone volatile généralement présente en une quantité allant de 6 à 16 % en poids par rapport au poids total de l'émulsion comme, par exemple, une silicone cyclique telle que la pentacyclométhicone, la tétracyclométhicone ou l'hexacyclométhicone.

**[0021]** La phase huileuse peut contenir, en outre d'autres constituants gras tels que les alcools gras et les acides gras.

**[0022]** La phase huileuse est présente dans la composition selon l'invention en une quantité allant de 8 à 22 % et de préférence de 12 à 20 % en poids par rapport au poids total de la composition.

**[0023]** Un autre avantage de la composition selon l'invention provient de ce qu'on peut y incorporer une grande quantité d'électrolyte sans nuire à la stabilité de la composition.

**[0024]** Comme électrolyte, on peut citer par exemple les sels des métaux mono-, di- ou trivalents, et plus particulièrement les sels de métal alcalino-terreux tels que les sels de baryum, de calcium et de strontium ; les sels de métal alcalin tels que les sels de sodium et de potassium, les sels de magnésium, de béryllium, d'yttrium, de lanthane, de cérium, de praséodyme, de néodyme, de prométhium, de samarium, d'europium, de gadolinium, de terbium, de dysprosium, d'holmium, d'erbium, de thulium, d'ytterbium, de lutétium, de lithium, d'étain, de zinc, de manganèse, de cobalt, de nickel, de fer, de cuivre, de rubidium, d'aluminium, de silicium, de sélénium, et leurs mélanges.

**[0025]** Les ions constituant ces sels peuvent être choisis par exemple parmi les carbonates, les bicarbonates, les sulfates, les glycérophosphates, les borates, les chlorures, les bromures, les nitrates, les acétates, les hydroxydes, les persulfates ainsi que les sels d'α-hydroxyacides (citrate, tartrate, lactate, malate) ou d'acides de fruits, ou encore les sels d'acides aminés (aspartate, arginate, glycocholate, fumarate).

**[0026]** De préférence, l'électrolyte est un mélange de sels comprenant notamment des sels de calcium, de magnésium, et de sodium, et notamment un mélange comprenant au moins du chlorure de magnésium, du chlorure de potassium, du chlorure de sodium, du chlorure de calcium, du bromure de magnésium, le dit mélange correspondant à des sels de la mer morte.

**[0027]** La teneur en électrolyte, lorsqu'il est présent, va en général de 0,5 à 20 % et de préférence de 2,5 à 10 % en poids par rapport au poids total de la composition.

**[0028]** De préférence, la composition selon l'invention est destinée à un soin ou un traitement topique. Dans ce cas, l'émulsion doit contenir un milieu physiologiquement acceptable, c'est-à-dire compatible avec la peau, les muqueuses, les ongles, le cuir chevelu et/ou les cheveux. En outre, elle contient de préférence au moins un actif et trouve son application dans un grand nombre de traitements cosmétiques et/ou dermatologiques de la peau, y compris du cuir

chevelu, des cheveux, des ongles, et/ou des muqueuses. en particulier pour le soin et/ou le maquillage et/ou la protection solaire de la peau et/ou des muqueuses, ainsi que pour la préparation d'une crème destinée au traitement des maladies de la peau, plus particulièrement de la peau grasse (apport de fraîcheur) et du psoriasis en tant que produit d'accompagnement du traitement.

**[0029]** L'invention a donc aussi pour objet une composition topique, caractérisée en ce qu'elle contient une émulsion telle que définie ci-dessus et au moins un actif.

**[0030]** Comme actifs, on peut citer notamment, outre les électrolytes indiqués ci-dessus, les polyols tels que la glycérine, les glycols comme le Polyéthylène glycol 8, et les dérivés de sucre, les enzymes, les extraits naturels, les oligomères procyanidoliques, les vitamines telles que la vitamine C, la vitamine E, la vitamine A et leurs esters, les dérivés phosphatés et glucosylés, l'urée, la rutine, les dépigmentants tels que l'acide kojique et l'acide caféique, les

**[0031]** L'actif peut être par exemple présent en une concentration allant de 0,01 à 20 %, de préférence de 0,1 à 5 % et mieux de 0,5 à 3 % du poids total de la composition.

**[0032]** De façon connue, la composition de l'invention peut contenir également des adjuvants habituels dans les domaines cosmétique et/ou dermatologique, tels que les conservateurs, les antioxydants, les agents complexants, les solvants, les parfums, les charges, les filtres, les bactéricides, les absorbeurs d'odeur, les matières colorantes et encore les vésicules lipidiques. Les quantités de ces différents adjuvants sont celles classiquement utilisées dans le domaine considéré, et par exemple de 0,01 à 20 % du poids total de la composition. Ces adjuvants, selon leur nature, peuvent être introduits dans la phase grasse, dans la phase aqueuse et/ou dans les vésicules lipidiques.

**[0033]** La présente invention a encore pour objet un procédé de traitement cosmétique de la peau, des cheveux, des ongles, du cuir chevelu et/ou des muqueuses, caractérisé par le fait que l'on applique sur la peau, les cheveux, les ongles, le cuir chevelu et/ou les muqueuses, une composition telle que définie ci-dessus.

**[0034]** L'invention a aussi pour objet l'utilisation de la composition telle que définie ci-dessus pour la fabrication d'une crème destinée au traitement des peaux grasses.

**[0035]** Quand elle contient des sels de la mer morte, la composition convient notamment pour le traitement du psoriasis. Aussi, la présente invention a aussi pour objet l'utilisation d'une telle composition pour la fabrication d'une crème destinée au traitement du psoriasis.

**[0036]** Les exemples ci-après de compositions selon l'invention sont donnés à titre d'illustration et sans caractère limitatif. Les quantités y sont données en % en poids.

#### Exemple 1 : crème pour le visage

##### A. Phase huileuse

###### **[0037]**

- Diméthicone copolyol de formule (I) dans pentacyclométhicone et eau (10/88/2) (DC 5225 C) 17,5 %

##### B. Phase aqueuse

###### **[0038]**

- Chlorure de sodium 2,5 %
- Glycérine 5 %
- Conservateurs 0,55 %
- Acide citrique 0,035 %
- Eau 74,415 %

**[0039]** Mode opératoire : on prépare la phase B en chauffant le mélange du chlorure de sodium, de la glycérine et des conservateurs dans de l'eau, jusqu'à 45°C sous agitation jusqu'à dissolution complète des conservateurs. On laisse refroidir jusqu'à température ambiante, puis on y ajoute l'acide citrique dissout dans l'eau. On prépare la phase A en mélangeant les constituants sous agitation et on verse le mélange précédemment obtenu dans la phase A sous agitation.

**[0040]** On obtient une crème blanche ayant une viscosité mesurée au RHEOMAT 180, de 9,94 Pa.s (99,4 poises) au temps zéro. Cette viscosité se stabilise après 10 minutes à 7,01 Pa.s (70,1 poises).

**Exemple 2 : crème pour le corps***A. Phase huileuse*

5 [0041]

- Diméthicone copolyol de formule (I) dans tétracyclométhicone et eau (10/88/2) (DC 3225 C) 6,25 %
- Tétracyclométhicone 6,25 %

10 *B. Phase aqueuse*

[0042]

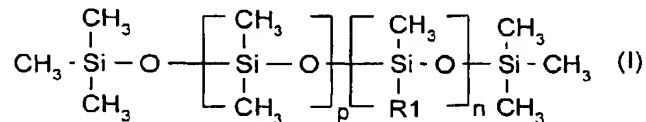
- Chlorure de sodium 2,5 %
- Polyéthylène glycol 8 2 %
- Eau 83 %

[0043] Mode opératoire : on prépare les différentes phases et on introduit la phase B dans la phase A sous agitation.

15 [0044] On obtient une crème blanche ayant une viscosité mesurée au RHEOMAT 180, de 4,45 Pa.s (44,5 poises) au temps zéro. Cette viscosité se stabilise après 10 minutes à 3,88 Pa.s (38,8 poises).

**Revendications**

- 25 1. Composition comprenant une phase aqueuse dispersée dans une phase huileuse à l'aide d'un agent émulsionnant siliconé, caractérisée par le fait qu'elle a une viscosité mesurée au viscosimètre RHEOMAT 180 à un taux de cisaillement de 200 s<sup>-1</sup> et à 25 °C, allant de 3 Pa.s (30 poises) à 20 Pa.s (200 poises), qu'elle comporte au moins 78 % en poids de phase aqueuse par rapport au poids total de la composition dont au moins 65 % d'eau par rapport au poids total de la composition, et qu'elle contient comme seul agent émulsionnant, le diméthicone co-
- 30 polyol de formule (I) :



40 dans laquelle R1 représente  $-(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})-(\text{OC}_2\text{H}_4)_{18}-(\text{C}_3\text{H}_6\text{OH})_{18}$ ,  $p=394$  et  $n=4$ .

2. Composition selon la revendication 1, caractérisée par le fait que l'agent émulsionnant est en mélange avec au moins une huile de silicone.
- 45 3. Composition selon la revendication 1 ou 2, caractérisée par le fait que l'agent émulsionnant est présent en une quantité allant de 0,5 à 5 % en poids par rapport au poids total de la composition.
4. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que la phase huileuse est présente en une quantité allant de 8 à 22 % en poids par rapport au poids total de la composition.
- 50 5. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que le rapport pondéral phase huileuse/agent émulsionnant est égal ou supérieur à 5.
6. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'elle contient au moins un électrolyte.
- 55 7. Composition selon la revendication précédente, caractérisée par le fait que l'électrolyte est présent en une quantité allant de 0,5 à 20 % du poids total de la composition.

## EP 0 970 682 A2

8. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'elle contient un milieu physiologiquement acceptable et constitue une composition topique.
- 5 9. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'elle contient au moins un actif choisi parmi les polyols, les enzymes, les extraits naturels, les oligomères procyanidoliques, les vitamines, les dérivés phosphatés et glucosylés, l'urée, la rutine, les dépigmentants, les bêta-hydroxyacides, les alpha-hydroxyacides, l'acide rétinoïque et ses dérivés, les filtres, les hydratants et leurs mélanges.
- 10 10. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'elle contient un mélange de sels de la mer morte.
11. Procédé de traitement cosmétique de la peau, des cheveux, des ongles, du cuir chevelu et/ou des muqueuses, caractérisé par le fait que l'on applique sur la peau, les cheveux, les ongles, le cuir chevelu et/ou les muqueuses, une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 10.
- 15 12. Utilisation de la composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 10 pour la fabrication d'une crème destinée au traitement des peaux grasses.
- 20 13. Utilisation de la composition selon la revendication 10 pour la fabrication d'une crème destinée au traitement du psoriasis.

25

30

35

40

45

50

55

UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE  
**CERTIFICATE OF CORRECTION**

PATENT NO. : 6,331,306 B1  
DATED : December 18, 2001  
INVENTOR(S) : Isabelle Afriat et al.

Page 1 of 1

It is certified that error appears in the above-identified patent and that said Letters Patent is hereby corrected as shown below:

Column 6,

Line 12, replace "(CH<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)-(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>18</sub>-(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>18</sub>H" with -- (C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)-(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>18</sub>-(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>18</sub>H --

Signed and Sealed this

Fourth Day of June, 2002

Attest:

A handwritten signature in black ink, appearing to read "James E. Rogan", written over a horizontal line.

Attesting Officer

JAMES E. ROGAN  
Director of the United States Patent and Trademark Office